



AUSLEGESCHRIFT

1220438

Deutsche Kl.: 12 q - 32/01

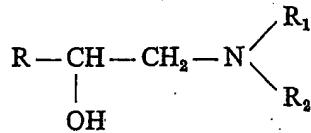
Nummer: 1 220 438
 Aktenzeichen: D 38616 IV b/12 q
 Anmeldetag: 9. April 1962
 Auslegetag: 7. Juli 1966.

1

Es ist bekannt, daß Alkylenoxyde in der Lage sind, Amine zu addieren, soweit letztere an Stickstoff gebundene Wasserstoffatome aufweisen.

So können primäre Amine zwei, sekundäre Amine nur eine Hydroxyalkylgruppe aufnehmen, wobei 5 Hydroxyalkylamine gebildet werden.

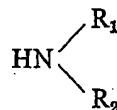
Auf dem Gebiet der grenzflächenaktiven Stoffe wurden bisher lediglich Alkylenoxyde mit kurzer Kohlenstoffkette, beispielsweise Äthyleneoxyd oder Propylenoxyd, an hydrophobe Grundstoffe, wie Fett-amine, angelagert, um diese wasserlöslich zu machen, also zur Bildung des hydrophilen Molekülanteils. Es wurde nun gefunden, daß man grenzflächenaktive Polyhydroxyalkylamine der allgemeinen Formel



15

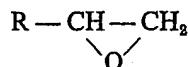
20

in der R einen Alkylrest mit 6 bis 18 Kohlenstoffatomen, R₁ Wasserstoff oder einen niederen Alkylrest oder niederen Hydroxyalkylrest, R₂ einen Hydroxyalkylrest oder einen Polyhydroxyalkanrest bedeutet, und deren Säureadditionssalze herstellen kann, wenn man in 25 an sich bekannter Weise Hydroxyamine der allgemeinen Formel



20

mit Alkylenoxyden der allgemeinen Formel



35

in Dimethylformamid bei Temperaturen zwischen 20 und 150°C oder bei Mischbarkeit der Komponenten lösungsmittelfrei umsetzt und gegebenenfalls die erhaltenen Basen in ihre Säureadditionssalze überführt.

Man läßt die Alkylenoxyde und die Hydroxyamine, in Dimethylformamid gelöst, bei Temperaturen zwischen 20 und 150°C aufeinander einwirken, vertreibt nach erfolgter Reaktion das Lösungsmittel im Vakuum und erhält als Rückstand die Polyhydroxyalkylamine. Lassen sich Alkylenoxyde und Hydroxyamine bei erhöhter Temperatur unter starkem Rühren homogenisieren, wie dies beispielsweise beim Diäthanolamin der Fall ist, so ist es zweckmäßig, die Reaktion 50 lösungsmittelfrei ablaufen zu lassen.

Die Polyhydroxyalkylamine lassen sich sowohl

Verfahren zur Herstellung von grenzflächenaktiven Polyhydroxyalkylaminen und deren Säureadditionssalzen

Anmelder:

Deutsche Akademie der Wissenschaften zu Berlin,
 Berlin-Adlershof, Rudower Chaussee 5

Als Erfinder benannt:

Dr. Ernst Ulsperger, Berlin-Karlshorst

2

durch anorganische als auch durch organische Säuren in die entsprechenden kationenaktiven Salze überführen, wodurch ihre Löslichkeit in Wasser gesteigert werden kann.

Polyhydroxyalkylamine sind in der Lage, die Oberflächenspannung ihrer wäßrigen Lösungen bereits in geringen Konzentrationen stark herabzusetzen. Sie besitzen in wäßrigen Lösungen ein starkes Schaumvermögen. Die Schäume sind sehr beständig. Als Basen sind sie physiologisch stark wirksam. Sie eignen sich als Textilhilfs- und Waschmittel, als Emulgatoren und auf Grund ihrer physiologischen Wirksamkeit als Kosmetika und Pharmazeutika.

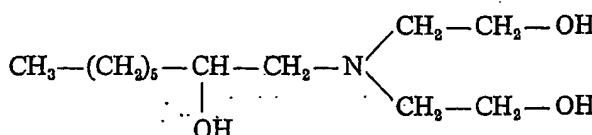
Die erfindungsgemäßen Verfahrensprodukte besitzen gegenüber bekannten Produkten ähnlicher Konstitution überlegene grenzflächenaktive Eigenschaften, was nachfolgend durch Bestimmung des Emulgiervermögens bewiesen wird.

Es wird das Emulgiervermögen von erfindungsgemäß hergestellten N-(2-Hydroxy-n-dodecyl)-diäthanolamin (A) mit dem von N-Dodecyldiäthanolamin (B) verglichen. Zu diesem Zweck wurde die mit der Zeit fortschreitende Phasentrennung einer Leinöl-Wasser-Emulsion bestimmt. Die Emulsionen bestehen aus 9,5 Gewichtsteilen Leinöl, 9,5 Gewichtsteilen Wasser und 0,65 Gewichtsteilen der zu prüfenden Substanzen. Die nachfolgende Tabelle zeigt das Prüfungsergebnis.

	1 ml	2 ml	3 ml	4 ml	5 ml	6 ml	7 ml	8 ml	9 ml
A, Min.	61	99	132	148	184	211	237	260	279
B, Min.	16	17	23	26	29	34	39	—	—

Beispiel 1

N-(2-Hydroxy-n-octyl)-diäthanolamin

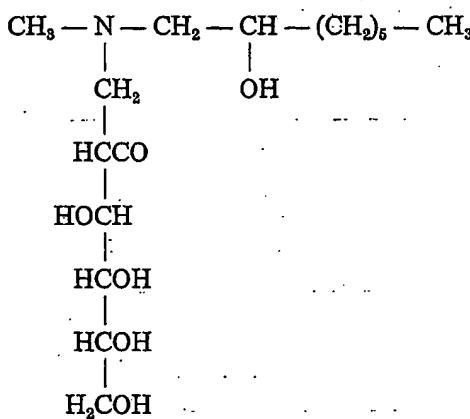


13 g n-Octylenoxyd und 11 g Diäthanolamin werden unter kräftigem Rühren auf 80°C erwärmt, wobei 10 plötzlich Homogenisierung des Gemisches erfolgt. Es wird 1 Stunde auf 150°C erhitzt. Man destilliert anschließend im Ölumpenvakuum. Sirupöse, farblose Flüssigkeit, die bei 2 mm bei 203°C siedet. Ausbeute 90% der Theorie.

15

Beispiel 2

N-Methyl-N-(2-hydroxyoctyl)-glucamin



20

25

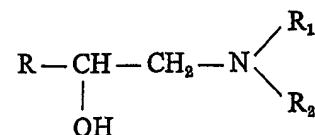
30

2 g N-Methylglucamin werden in 5 ccm frisch 35 destilliertem Dimethylformamid gelöst. Danach werden 1,3 g Octylenoxyd-1,2 hinzugegeben. Das Reaktionsgemisch wird 2 Stunden auf 75°C erwärmt.

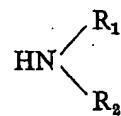
Nach dieser Zeit läßt man erkalten und fällt die Base mit Äther. Sie schmilzt bei 93 bis 93,5°C. Ausbeute 85% der Theorie.

Patentanspruch:

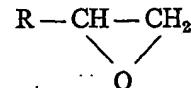
Verfahren zur Herstellung von grenzflächenaktiven Polyhydroxyalkylaminen der allgemeinen Formel



in der R einen Alkylrest mit 6 bis 18 Kohlenstoffatomen, R₁ Wasserstoff oder einen niederen Alkylrest oder niederen Hydroxyalkylrest, R₂ einen Hydroxyalkylrest oder einen Polyhydroxyalkanrest bedeutet, und deren Säureadditionssalzen, dadurch gekennzeichnet, daß man in an sich bekannter Weise Hydroxamine der allgemeinen Formel



mit Alkylenoxyden der allgemeinen Formel



in Dimethylformamid bei Temperaturen zwischen 20 und 150°C oder bei Mischbarkeit der Komponenten lösungsmittelfrei umsetzt und die erhaltenen Basen gegebenenfalls in ihre Säureadditionssalze überführt.